



19 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

12 Offenlegungsschrift  
10 DE 197 09 991 A 1

51 Int. Cl.<sup>6</sup>  
C 11 D 17/00

21 Aktenzeichen: 197 09 991.2  
22 Anmeldetag: 11. 3. 97  
43 Offenlegungstag: 17. 9. 98

DE 197 09 991 A 1

71 Anmelder:  
Herzog, Stefan, 80333 München, DE

74 Vertreter:  
Palgen und Kollegen, 40239 Düsseldorf

72 Erfinder:  
Antrag auf Nichtnennung

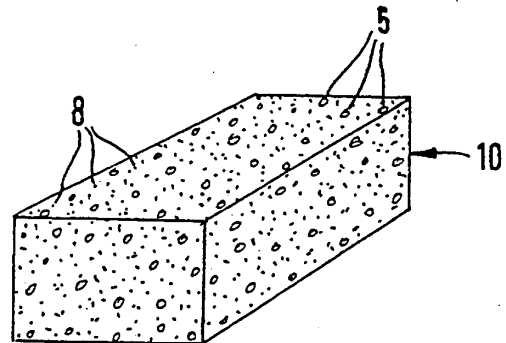
56 Entgegenhaltungen:  
DE 41 33 862 A1  
DE 34 17 820 A1  
US 53 82 377  
US 40 13 581  
EP 07 37 738 A2  
EP 04 66 484 A2  
Derwent-Ref.: 93-340000/43;

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 In Flüssigkeit zerfallender Preßling

57 Ein Preßling aus pulver- und/oder granulatförmigen Inhaltsstoffen enthält als Sprengmittel wirkende Partikel aus cellulosehaltigem Material, insbesondere in kompakter Form. Als cellulosehaltiges Material kommen TMP und CTMP in Betracht (Fig. 3).



DE 197 09 991 A 1

## Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf einen Preßling der dem Oberbegriff des Anspruchs 1 entsprechenden Art.

Die Darbietung in Form von Preßlingen dieser Art ist bei Spülmitteln bereits bekannt. Diese werden zur Erleichterung der Handhabung und der Dosierung in Form von sogenannten "Tabs" (von "Tabletten") angeboten, die Größe und Gestalt von Pralinen aufweisen und eine für einen Spülgang in der Spülmaschine ausreichende Menge an Spülmittel enthalten. Obwohl die Spülmittel-Preßlinge durch das Pressen wie kleine Steine wirken, lösen sie sich, ohne eigentlich zu zerfallen, in strömendem warmem Wasser, von außen nach innen fortschreitend, rasch und vollständig auf, und zwar durch Lösung der Inhaltsstoffe in dem Wasser. Diese Eigenschaft der Spülmittelpreßlinge ist auf die Zusammensetzung von Spülmitteln zurückzuführen, die keine stark unterschiedlichen Bestandteile und insbesondere keine unlöslichen Bestandteile enthalten.

Das Problem einer einfach und sicher zu handhabenden Dosierung stellt sich nicht nur bei Spülmitteln, sondern auch bei anderen Stoffen, und zwar nicht nur im Haushalt, sondern auch im gewerblichen Bereich. Beispiele sind zum Beispiel Farbstoffzusammensetzungen für das Färben von Textilien, sonstige Chemikalien, aus denen Lösungen bestimmter Konzentrationen zu bereiten sind und insbesondere Waschmittel für textiles Waschgut, vorzugsweise im Haushalts- und Gewerbebereich, zum Beispiel Kleidungsstücke, Bett- und Tischwäsche, Handtücher und dergleichen. Waschmittel für diese Zwecke werden bisher nur in fließ- oder rieselfähiger Form in den Handel gebracht, also als Flüssigkeit und überwiegend als Pulver oder Granulat. Diese Form der Konfektionierung erfordert eine vom Anwender vorzunehmende Portionierung, d. h. es muß eine bestimmte Menge Flüssigkeit oder eine bestimmte Menge Pulver oder Granulat in die Waschmaschine gegeben werden. Hierbei sind erhebliche Fehler möglich, wenn der Anwender zuviel oder zuwenig Waschmittel verwendet, sei es versehentlich, sei es absichtlich. Auch sind Verschmutzungen durch bei der Dosierung des Waschmittels verschüttete Anteile häufig.

Die Technik der Darbietung in Preßlingen, die jeweils eine größere, zum Beispiel für einen Waschgang ausreichende Menge der Inhaltsstoffe enthalten, wäre auch für Waschmittel von großer Bedeutung, da sich dann die Dosierung auf ein Abzählen beschränken könnte und keine Wäge- oder Volumenmeßvorgänge notwendig wären. Die Waschmittel unterscheiden sich jedoch von den Spülmitteln dadurch, daß sie sich wesentlich schneller in der Waschflüssigkeit verteilen müssen und ihre Inhaltsstoffe nicht nach und nach abgegeben werden sollen. Auch enthalten die Waschmittel Bestandteile, die sich im Wasser nicht lösen. Die Unterschiede in der Struktur der Inhaltsstoffe haben dazu geführt, daß bisher den Spülmitteltabs vergleichbare Portionierungen bei Waschmitteln nicht möglich gewesen sind.

Ähnliche Probleme liegen auch bei einer ganzen Reihe von anderen chemischen Inhaltsstoffen vor, die dosiert in eine Flüssigkeit eingebracht werden müssen.

Die Flüssigkeit ist in den meisten Fällen Wasser, doch ist die Erfindung darauf nicht beschränkt. Sie kann vielmehr auch bei anderen Flüssigkeiten, zum Beispiel Alkohol oder dergleichen Verwendung finden.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, einen gattungsgemäßen Preßling so ausgestalten, daß er nach dem Einbringen in die Flüssigkeit rasch desintegriert und die Inhaltsstoffe freisetzt, so daß sie in der Flüssigkeit verteilt sind.

Diese Aufgabe wird durch die in Anspruch 1 wiedergege-

bene Erfindung gelöst.

Der Preßling wird so ausgelegt, daß ein Preßling oder eine Anzahl von Preßlingen die für einen Ansatz benötigte Menge an Inhaltsstoffen enthält. Die Portionierung geschieht durch Zugabe eines oder mehrerer dieser Preßlinge, also auf einfache Weise durch Abzählen, aber nicht mehr durch Zumessen einer bestimmten Menge eines flüssigen oder rieselfähigen Mittels. Der Preßling muß so beschaffen sein, daß er die Handhabung beim Transport, bei der Lagerung und bei der Zumessung ohne Absplitterungen und ohne wesentlichen Abrieb übersteht, aber andererseits im Wasser sich mit hinreichender Schnelligkeit auflöst. Hierfür ist das Sprengmittel in Gestalt des kleinteiligen cellulosehaltigen Materials vorgesehen, welches wie bei einer medizinischen Tablette dafür sorgt, daß beim Kontakt mit der Flüssigkeit, insbesondere dem Wasser, durch eine Volumenzunahme der kleinteiligen Partikel innerhalb der Mischung der Inhaltsstoffe und des Sprengmittels in dem Preßling Risse auftreten, durch die das Wasser rasch in das Innere des Preßlings eindringt und dessen Zerfall herbeiführt.

Wenn auch die Erfindung eine über den Bereich der Waschmittel hinausgehende Bedeutung hat, so sind die Waschmittel doch ein wichtiges Anwendungsbeispiel.

Die Herstellung von Preßlingen aus Waschmittel ist nicht einfach. Das Verpressen eines Waschkpulvers zu einem einigermaßen haltbaren Preßling, der sich trotzdem hinreichend rasch auflöst, ist bisher nicht möglich gewesen. Bei entsprechendem hohen Preßdrücken läßt sich zwar ein fester Preßling herstellen, der aber in Wasser in den in Betracht kommenden Zeiträumen nicht zerfällt, um die Inhaltsstoffe freizugeben.

Unter diesem Aspekt kommt dem in dem Preßling enthaltenen Sprengmittel in Gestalt des cellulosehaltigen Materials eine besondere Bedeutung zu. Bei den Waschmitteln ließen sich damit gebrauchsfähige Preßlinge herstellen, die in den in Betracht kommenden Zeiträumen im Wasser zerfallen.

Eine sehr wichtige Weiterbildung der Erfindung besteht darin, daß das kleinteilige cellulosehaltige Material, vor der Beimischung zu den Inhaltsstoffen, also zum Beispiel zu dem pulverförmigen Waschmittel, kompaktiert ist.

Der Ausdruck "Kompaktieren" soll hierbei die Ausübung eines Drucks auf das cellulosehaltige Material bedeuten, der das Volumen des cellulosehaltigen Materials zusammendrückt, ohne daß die Fasern zerstört werden. Die Partikel sollen also bei der Kompaktierung deformiert worden sein, im Gegensatz zur Aggregation, bei der lediglich eine Anlagerung der Partikel ohne wesentliche Änderung ihrer Gestalt gegeben ist. Die Kompaktierung in diesem Sinne soll vor der Beimischung des so erzeugten Sprengmittels zu den Inhaltsstoffen vorgenommen werden. Wenn dann der Preßling in Kontakt mit Wasser oder der sonstigen Flüssigkeit kommt, springt das cellulosehaltige Material aus seinem kompaktierten Zustand wieder in einen Zustand mit offenem, gespanntem Volumen auf. Ob dieser Vorgang auf kapillaren oder anderen Kräften beruht, kann dahinstehen. Jedenfalls ist die Volumenvergrößerung wesentlich stärker als diejenige, die bei einer reinen Quellung des cellulosehaltigen Materials entsteht.

Wichtig ist auch die Bereitstellung des cellulosehaltigen Materials als Granulat (Anspruch 4).

Es werden also aus dem feinstteiligen, zum Beispiel gemahlenen, Ausgangsmaterial bei oder nach der Kompaktierung Granulatpartikel hergestellt, die größere Aggregate aus einer Vielzahl von Ausgangsteilchen bilden. Diese größeren Aggregate, also die Granulatpartikel, werden den Inhaltsstoffen beigemischt, und es wird die Mischung zu den Preßlingen verpreßt.

Der Sinn dieser Maßnahmen besteht darin, daß das ein-

zelne feinste Ausgangsteilchen des cellulosehaltigen Materials in Kontakt mit der Flüssigkeit zwar die gleiche relative Volumenvergrößerung erfährt wie ein größeres Aggregat, daß aber die absolute Volumenvergrößerung eines feinsten Ausgangsteilchens zu gering ist, um in dem Material des Preßlings eine für die Ribbildung ausreichende lokale Ausdehnung zustandezubringen. In die Granulatpartikel addieren sich die Einzelbeträge zu einer makroskopischen lokalen Dehnung mit ausreichender Sprengwirkung.

Die erfindungsgemäß als Sprengmittel einzusetzenden "cellulosehaltigen Materialien" sollen solche sein, in denen die Cellulose zumindest überwiegend chemisch unverändert noch vorhanden ist.

Es ist bekannt (siehe "Römpp-Chemie-Lexikon", 9. Auflage (1995), Seite 4990, Stichwort "Waschmittel") Waschmitteln sogenannte Vergrauungsinhibitoren zuzusetzen, d. h. Schmutzträger, die verhindern, daß der von der Faser des Waschguts abgelöste Schmutz aus der Flotte wieder auf die Faser aufzieht und auf dieser einen grauen Überzug bildet. Für diese Zwecke werden Cellulosederivate eingesetzt, insbesondere Carboxymethylcellulose. Es handelt sich hierbei aber um eine chemisch veränderte Cellulose, die eine Funktion als Sprengmittel nicht auszuüben vermag.

Um bei Waschmitteln, wenn diese zu einem Preßling ausreichender Festigkeit notwendige Pressung erfahren haben, die erforderliche rasche Auflösung zu erreichen, bedarf es nicht nur eines Sprengmittels besonderer Wirksamkeit, sondern auch eines solchen, welches sich chemisch beim Waschvorgang und auch anschließend nach der Wäsche auf dem Waschgut möglichst wenig bemerkbar macht. Beides wird durch die Verwendung des cellulosehaltigen Materials insbesondere in kompakter Form als Sprengmittel gewährleistet. Das cellulosehaltige Material ist in Waschlösungen praktisch inert und tritt auf dem Waschgut praktisch nicht in Erscheinung.

Eine Teilchengröße des Ausgangsmaterials, welches nach dem Kompaktieren in größeren Granulatpartikeln vorliegt, von 40–60 µm hat sich für Waschmittel als zweckmäßig erwiesen (Anspruch 5). Feinsteilige cellulosehaltige Ausgangsmaterialien dieser Kornfeinheit lassen sich mit noch tragbarem Zerkleinerungsaufwand herstellen und treten auf dem Waschgut praktisch nicht in Erscheinung.

Eine wichtige Bemessung ist die Dichte des kompaktierten cellulosehaltigen Materials nach Anspruch 6, weil sie ein Maß für die geeignete Zusammenpressung des Materials darstellt, bei der der richtige Kompromiß zwischen für die Handhabbarkeit ausreichender Festigkeit des Preßlings und ausreichender Zerfallsbereitschaft vorliegt.

Gemäß Anspruch 7 können die kompaktierten Partikel des cellulosehaltigen Materials, also das Granulat, eine Partikelgröße von 0,2 bis 6,0 mm aufweisen, insbesondere von 0,3 bis 1,5 mm (Anspruch 8), wobei die zweckmäßigste Partikelgröße auch von der Größe des Preßlings und indirekt auch von der Art der Inhaltsstoffe des Preßlings abhängt, insofern zum Beispiel verschiedene Waschmittel verschiedene Zusammensetzungen mit verschiedenen Preß- und Spreng-eigenschaften aufweisen.

Gemäß Anspruch 9 kann der Gewichtsanteil des kompaktierten cellulosehaltigen Materials an dem fertigen Preßling 3 bis 6 Prozent betragen.

Es kann sich auch empfehlen, daß der Preßling zusätzlich einen Anteil an kleinteiligem nicht-kompaktierten cellulosehaltigen Material umfaßt (Anspruch 10).

Dieser Anteil wirkt zwar nicht als Sprengmittel, kann aber in der gepreßten Masse eine Art Dochtwirkung entfalten und für das schnellere Vordringen des Wassers in das Innere des Preßlings nützlich sein.

Der Gewichtsanteil des nicht-kompaktierten cellulosehal-

tigen Materials an dem fertigen Preßling kann 1 bis 3 Prozent betragen (Anspruch 11).

Das in dem Preßling enthaltene kompaktierte cellulosehaltige Material kann eine Beschichtung mit einem Quell- bzw. Verdickungsmittel aufweisen (Anspruch 12).

Derartige Mittel sind für sich genommen als Tabletten-sprengmittel im Pharmabereich bekannt (siehe "Römpp-Chemie-Lexikon" 9. Auflage (1995), Seite 4440, Stichwort "Tablettensprengmittel").

Weiterhin kann sich empfehlen, daß das in dem Preßling enthaltene cellulosehaltige Material eine Beschichtung mit einem Tensid aufweist (Anspruch 13), welches einen Gewichtsanteil von 0,5 bis 5,0 Prozent des fertigen Preßlings ausmachen kann (Anspruch 14) und zusätzlich zu dem im pulverförmigen Waschmittel schon enthaltenen Tensid in dem Preßling vorhanden ist. Das Tensid soll die Verteilung der Flüssigkeit entlang der Oberfläche der Partikel des cellulosehaltigen Materials fördern.

Die Dispergiereigenschaften des cellulosehaltigen Materials können gesteigert werden, wenn dieses zumindest teilweise fibrilliert ist, d. h. bis auf Bündel aus jeweils wenigen parallel liegenden Cellulosefasern zerkleinert ist (Anspruch 15).

Zur Erzielung einer ausreichenden Dispergierbarkeit, d. h. eines alsbaldigen Zerfalls des Preßlings nach dem Einbringen in die Flüssigkeit, empfiehlt es sich ihn aus einer Mischung der pulverförmigen oder granulatartigen Inhaltsstoffe mit dem kleinteiligen cellulosehaltigen Material trocken bzw. erdfeucht zu pressen.

Die Preßlinge sollen also nur durch die erfolgte Pressung zusammenhalten, nicht aber über flüssige, anschließend erhärtende Anteile, die den Zerfall des Preßlings in der Flüssigkeit bzw. dem Wasser verzögern würden.

Bei den Entwicklungsarbeiten haben sich besonders zwei Arten von cellulosehaltigem Material ausgezeichnet, nämlich TMP (= Thermo Mechanical Pulp) (Anspruch 17) und CTMP (= Chemo Thermo Mechanical Pulp) (Anspruch 18).

Es sind dies zwei Arten von sogenanntem Holzstoff. Bei dem TMP-Verfahren werden Holzschnitzel unter Dampfdruck bei ca. 130°C in Druckrefinern zu TMP zerfasert. Bei der Verwendung von Chemikalien in der Holzschnitzelver-dampfung ergibt sich CTMP (siehe "Römpp-Chemie-Lexikon" 9. Auflage (1995), Seite 3207, Stichwort "Papier").

Bei den Holzstoffen TMP und CTMP hat zwar eine gewisse Auslaugung des Materials stattgefunden, doch sind die Lignine, Harze und sonstigen Holzbegleitstoffe nicht vollständig entfernt, insbesondere nicht so vollständig wie bei der Celluloseherstellung. Es handelt sich also bei diesen Holzstoffen um cellulosehaltige Materialien, die noch einen Rest des Holzcharakters behalten haben.

Die vorgenannten beiden Materialien haben sich als Sprengmittel für die in Rede stehenden Preßlinge als besonders wirksam erwiesen, insbesondere in kompaktiertem Zustand. Weder reine Holzprodukte wie Holzmehl oder Holzfasern noch reine Cellulose sind in ihrem Sprengverhalten vergleichbar. Bei den "mittelbehandelten" Produkten TMP und CTMP liegt ein deutliches Wirkungsmaximum vor.

Die in Betracht kommenden Abmessungen des Preßlings sind durch eine größte Abmessung von etwa 1 bis 10 cm, vorzugsweise 2 bis 4 cm gekennzeichnet.

Die Erfindung erstreckt sich auch auf ein Waschmittel in der Konfektionierungsform nach Anspruch 20.

In der Zeichnung ist ein Ausführungsbeispiel der Erfindung schematisch dargestellt.

Fig. 1 zeigt eine mögliche Art der Kompaktierung von cellulosehaltigem Material;

Fig. 2 zeigt eine kompaktierte Granulatpartikel;

Fig. 3 zeigt einen Waschmittelpreßling.

Gemäß Fig. 1 wird eine Schüttung 1 aus cellulosehaltigem Material, in dem Ausführungsbeispiel TMP einem Preßwalzenpaar 2 zugeleitet, in welche eine Kompaktierung unter Zusammendrückung des Volumens der einzelnen Partikel und unter Verbindung derselben zu einer Art zusammenhängender, verdichteter Bahn 3 erfolgt. 4 symbolisiert das Zerkleinern der Bahn 3 zu einem Granulat 5.

Ein einzelnes Granulat Korn 5 ist in Fig. 2 dargestellt. Es enthält eine größere Anzahl von feinstteiligen TMP Partikeln 6, deren Partikelgröße etwa 50 µm beträgt, d. h. das TMP Material hat eine Korngrößenverteilung, deren Maximum bei etwa 50 µm liegt. Die einzelnen feinstteiligen TMP-Partikel 6 halten durch die in dem Preßwalzenpaar 2 erfahrene Pressung zusammen. Gleichzeitig sind die einzelnen Partikel 6 in dem Preßspalt gegenüber ihrer Ursprungs-gestalt zusammengedrückt worden, d. h. sie haben eine Kompaktierung erfahren.

Die Granulatpartikel 5 haben ihrerseits eine Korngrößenverteilung mit einem Maximum bei etwa 2 mm, d. h. die Größe der Granulatpartikel 5 liegt um etwa 2 Größenordnungen über der Größe der in ihr enthaltenen feinstteiligen TMP Partikel.

Gemäß Fig. 2 können in der Granulatpartikel 5 auch noch nicht kompaktierte cellulosehaltige Partikel 7 enthalten sein, die durch kurze gerade Striche angedeutet sind und die eine Beschichtung mit einem Tensid aufweisen können, um das Eindringen der Flüssigkeit, insbesondere des Waschwassers zu fördern.

Die Waschmittelzusammensetzung liegt ihrerseits als Pulver/Granulat-Genisch vor. Die einzelnen Waschmittelpartikel sind in Fig. 3 mit 8 bezeichnet. Die Waschmittelzusammensetzung wird mit den Granulatpartikeln 5 aus TMP, die in Fig. 3 als kleine Kreise dargestellt sind, vermischt und sodann zu einem Preßling 10 verpreßt, der gemäß Fig. 3 als kleiner Quader mit Kantenlängen von 2 bis 3 cm ausgebildet ist. Es kommen aber auch alle anderen Formen in Betracht, zum Beispiel kleine Kreisscheiben oder dergleichen.

Die Pressung der Preßlinge 10 erfolgt so, daß sie bei der Handhabung nicht zerbröckeln, daß sie aber beim Einbringen in die Flüssigkeit praktisch augenblicklich zerfallen und die Waschmittelzusammensetzung freigeben. Dies wird durch die Granulatpartikel 5 bewirkt, die im Kontakt mit dem Waschwasser sofort ihre frühere Gestalt zurückgewinnen, d. h. die Kompaktierung rückgängig machen, und dadurch an Volumen zunehmen. Wenn es sich um eine 20-prozentige Volumenzunahme handelt und die einzelne Partikel beispielsweise 2 mm groß ist, entsteht bei der Kontaktierung mit dem Wasser eine Dehnung von 0,4 mm, die ausreicht, um den nur durch die trockene Pressung herbeigeführten Verbund des Preßlings 10 lokal zu sprengen und die Waschmittelpartikel freizusetzen. Auch die Granulatpartikel 5 selbst zerfallen im Kontakt mit dem Waschwasser, so daß darin schließlich nur noch die einzelnen Partikel 6 und 7 des cellulosehaltigen Materials vorhanden sind, die chemisch im wesentlichen inert sind und auch sonst keine Störung des Waschvorgangs erzeugen.

#### Patentansprüche

1. Preßling aus pulver- und/oder granulartförmigen Inhaltsstoffen, der nach dem Einbringen in Flüssigkeit zur alsbaldigen Auflösung/Dispergierung unter Freigabe seiner Inhaltsstoffe bestimmt ist, **gekennzeichnet durch** ein eingemischtes Sprengmittel aus kleinteiligem cellulosehaltigen Material.
2. Preßling nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Inhaltsstoffe eine Waschmittelzusammensetzung sind.

3. Preßling nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das cellulosehaltige Material vor dem Beimischen zu den Inhaltsstoffen kompaktiert ist.
4. Preßling nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das aus feinstteiligem Ausgangsmaterial kompaktierte cellulosehaltige Material in dem Preßling als Granulat vorliegt.
5. Preßling nach einem der Ansprüche 2 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß bei einer Waschmittelzusammensetzung die Teilchengröße des Ausgangsmaterials 20 bis 200 µm, vorzugsweise 40 µm bis 60 µm beträgt.
6. Preßling nach Anspruch 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß das kompaktierte Granulat eine Dichte von 0,5 bis 1,5 g/cm<sup>3</sup> aufweist.
7. Preßling nach einem der Ansprüche 3 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß das kompaktierte Granulat des cellulosehaltigen Materials eine Partikelgröße von 0,2 bis 6,0 mm aufweist.
8. Preßling nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß das kompaktierte Granulat des cellulosehaltigen Materials eine Partikelgröße von 0,4 bis 1,5 mm aufweist.
9. Preßling nach einem der Ansprüche 3 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß der Gewichtsanteil des kompaktierten cellulosehaltigen Materials an dem fertigen Preßling 3 bis 6 Prozent beträgt.
10. Preßling nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß er zusätzlich einen Anteil an kleinteiligem nicht-kompaktierten cellulosehaltigen Material umfaßt.
11. Preßling nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß der Gewichtsanteil des nicht-kompaktierten cellulosehaltigen Materials an dem fertigen Preßling 1 bis 3 Prozent beträgt.
12. Preßling nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß das in dem Preßling enthaltene cellulosehaltige Material eine Beschichtung mit einem Quell- bzw. Verdickungsmittel aufweist.
13. Preßling nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß das in dem Preßling enthaltene cellulosehaltige Material eine Beschichtung mit einem Tensid aufweist.
14. Preßling nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß der Preßling das Tensid in einem Gewichtsanteil von 0,5 bis 2,0 Prozent des fertigen Preßlings enthält.
15. Preßling nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß der Preßling fibrilliertes cellulosehaltiges Material enthält.
16. Preßling nach einem der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß der Preßling aus einer Mischung der pulverförmigen oder granulartförmigen Inhaltsstoffe mit dem kleinteiligen, cellulosehaltigen Material trocken bzw. erdfeucht gepreßt ist.
17. Preßling nach einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß das cellulosehaltige Material TMP (Thermo Mechanical Pulp) ist.
18. Preßling nach einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß das cellulosehaltige Material CTMP (Chemo Thermo Mechanical Pulp) ist.
19. Preßling nach einem der Ansprüche 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß die größte Abmessung des Preßlings 1 bis 10 cm, vorzugsweise 2 bis 4 cm beträgt.
20. Waschmittel für textiles Waschgut als ein Sprengmittel enthaltender fester, jedoch in Wasser zerfallender

der Formkörper.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

FIG. 1

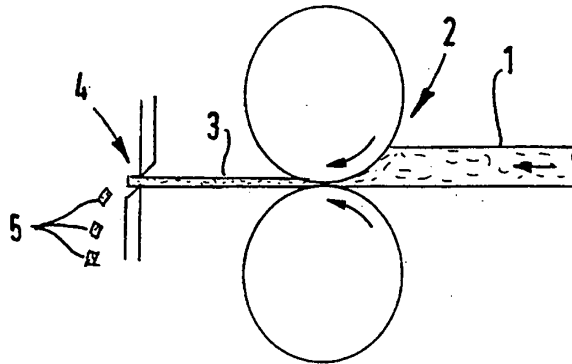


FIG. 2

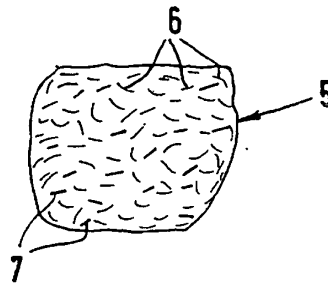
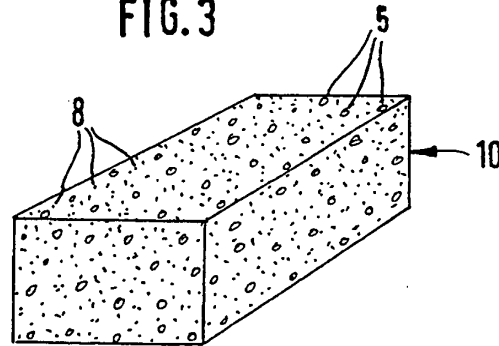


FIG. 3



44165

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Application No. :

U.S. National Serial No. :

Filed :

PCT International Application No. : PCT/DE98/00589 / DE197 09 991

VERIFICATION OF A TRANSLATION

I, the below named translator, hereby declare that:

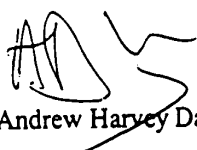
My name and post office address are as stated below;

That I am knowledgeable in the German language in which the below identified international application was filed, and that, to the best of my knowledge and belief, the English translation of the international application No. PCT/DE98/00589 is a true and complete translation of the above identified international application as filed.

I hereby declare that all the statements made herein of my own knowledge are true and that all statements made on information and belief are believed to be true; and further that these statements were made with the knowledge that willful false statements and the like so made are punishable by fine or imprisonment, or both, under Section 1001 of Title 18 of the United States Code and that such willful false statements may jeopardize the validity of the patent application issued thereon.

Date: 2 September 1999

Full name of the translator :

  
Andrew Harvey David SUMPTER  
For and on behalf of RWS Group plc

Post Office Address :

Europa House, Marsham Way,  
Gerrards Cross, Buckinghamshire,  
England.

## INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(51) International patent classification n°:  C11D 17/00, 7/44, 3/382, 3/22	A1	(11) International publication number: WO 98/40462  (43) International publication date: 17 September 1998 (17.09.98)
(21) International application number: PCT/DE98/00589 (22) International filing date: 28 February 1998 (28.02.98) (30) Data relating to the priority: 197 09 991.2 11 March 1997 (11.03.97) DE (71) Applicant (for all designated States except US): HERZOG, Stefan [DE/DE]; Karlstrasse 19, D-80333 München (DE). (72) Inventors; and (75) Inventors/Applicants (US only): RETTENMAIER, Josef, Otto [DE/DE]; Holzmühle 6, D-73494 Holzmühle (DE). (74) Attorneys: PALGEN, Peter usw.; Mulvanystasse 2, D-40239 Düsseldorf (DE).	(81) Designated states: US, European Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).  Published With the International Search Report. Before expiry of the period provided for amending the claims. Further publication will be made if such amendments are received.	

As printed

(54) Title: PRESSED PIECE WHICH DISINTEGRATES IN LIQUIDS

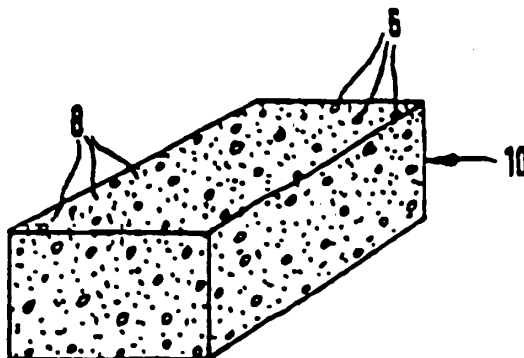
(54) Bezeichnung: IN FLÜSSIGKEIT ZERFALLENDER PRESSLING

(57) Abstract

The invention relates to a pressed piece consisting of ingredients in powder and/or granular form, which contains particles made of a material containing cellulose, particularly in compacted form, which act as an explosive agent. TMP and CTMP can be used as the cellulose-containing material.

(57) Zusammenfassung

Ein Pressling aus pulver- und/oder granulartförmigen Inhaltsstoffen enthält als Sprengmittel wirkende Partikel aus cellulosehaltigem Material, insbesondere in kompakter Form. Als cellulosehaltiges Material kommen TMP und CTMP in Betracht.



**Laundry detergent compact which  
disintegrates in liquid**

The invention relates to a laundry detergent compact of the type corresponding to the precharacterizing clause of Claim 1.

The provision of dishwasher detergents in the form of compacts of this kind is already conventional. To facilitate handling and dosing, these compacts are offered in the form of what are known as "tabs" (from "tablets"), having the size and form of chocolate candies and containing an amount of detergent sufficient for one wash in the dishwasher. Although the dishwasher detergent compacts act like small stones as a result of the compaction, they dissolve, without actually disintegrating, in hot flowing water, progressively from the outside to the inside, rapidly and completely, as a consequence of the dissolution of the ingredients in the water. This property of the dishwasher detergent compacts can be traced back to the composition of dishwasher detergents, which include no strongly differing components and, in particular, no insoluble components.

The problem of simple and reliable dosing arises not only with dishwasher detergents but also with other substances, and not only in the household but also in the industrial sector. Examples are, for example, dye compositions for the dyeing of textiles, other chemicals from which solutions of specific concentrations are to be prepared, and, in particular, detergents for textile

AMENDED PAGE



laundry, preferably in the domestic and industrial sectors, for example, clothes, bed and table linen, towels and the like. Detergents for these purposes have to date been marketed only in flowable or free-flowing form, i.e., as liquids and, predominantly, as powders or granules. This form of compounding requires the user to carry out portioning; in other words, it is necessary to place a specified amount of liquid or a specified amount of powder or granules into the washing machine. Serious errors are possible in this context if the user uses too much or too little detergent, whether mistakenly or intentionally. Furthermore, cases of soiling as a result of spills during the metering of the laundry detergent occur frequently.

The technique of providing compacts each containing a relatively large amount - for example, an amount sufficient for one wash - of the ingredients would also be of great significance for laundry detergents, since it would then be possible to limit metering to a counting procedure, without any need for weighing or volumetric operations. The laundry detergents, however, differ from the dishwasher detergents in that they are required to disperse much more rapidly in the washing liquid and are not intended to release their ingredients gradually. In addition, the laundry detergents include components which do not dissolve in water. As a consequence of the differences in the structure of the ingredients, portioning of laundry detergents in a manner comparable to that

AMENDED PAGE

to date for the dishwasher detergent tabs has come up against difficulties, since the balance between abrasion resistance and fracture strength of the compacts during transport and storage, on the one hand, and sufficiently rapid disintegration of the compacts in the wash liquid, on the other hand, has been difficult to find and maintain.

Previous attempts to create practicable laundry detergent compacts are described in EP 466 484 A2, US-A 5,382,377 and Derwent Ref.: 93-340 000/43. In the case of this prior art, on which the precharacterizing clause is based, attempts are made to bring about sufficiently rapid disintegration of the compacts in the wash liquid by means of an admixed and cocompacted disintegrant, for which cellulose is used in the three examples. The nature of the cellulose is described in more detail only in US-A-5,382,377: there it is specified as microcrystalline cellulose, which indeed is known as a tablet disintegrant from the pharmaceutical sector as well.

It has been found, however, that the addition of pulverulent or finely particulate cellulose as a disintegrant to laundry detergent compacts is inadequate in its effect and is unable to ensure that the compacts disintegrate with sufficient rapidity in the wash liquid.

The object on which the invention is based is to design a laundry detergent compact of the generic type in such a way that following introduction into the liquid it

rapidly disintegrates and releases the laundry detergent composition so that it can be dispersed in the liquid.

This object is achieved by means of the invention recited in Claim 1.

The laundry detergent compact is configured such that one compact or a number of compacts comprise(s) the amount of laundry detergent composition required for one load. The portioning takes place through the addition of one or more of these compacts, i.e., simply, by counting, rather than as hitherto by measuring out a specified quantity of a liquid or free-flowing composition. The laundry detergent compact must be of such a nature that it withstands handling on transport, storage and metering without instances of fragmentation and without substantial abrasion and yet breaks up with sufficient rapidity in water. For this purpose, the disintegrant is provided in the form of the compacted and granulated, finely particulate cellulose material which in the case of a medical tablet ensures that, on contact with the liquid, especially water, as a result of an increase in volume of the finely particulate particles within the mixture of the ingredients and the disintegrant, cracks occur in the laundry detergent compact through which the water penetrates rapidly into the interior of the laundry detergent compact and induces its disintegration.

The particular configuration of the disintegrant present in the laundry detergent compact is therefore of particular significance.

AMENDED PAGE



A very important aspect of the invention consists, to this extent, in that the finely particulate cellulose material is compacted prior to its admixture to the pulverulent laundry detergent.

The expression "compacting" in this case is intended to denote the exertion of a pressure on the cellulose material which compresses the volume of the cellulose material without destroying the fibers. In the case of compacting, therefore, the particles should have been deformed, in contrast to aggregation, where there is only accumulation of the particles without any substantial change in their form. Compacting in this sense is to be carried out prior to the admixture of the disintegrant so produced to the ingredients. When the laundry detergent compact comes into contact with water or the other liquid, the cellulose material springs back from its compacted state into a state with an open, relaxed volume. The question of whether this process is based on capillary or other forces can be disregarded. In any case, the enlargement in volume is substantially greater in degree than that which comes about in the case of simple swelling of the cellulose material.

Just as important is the provision of the cellulose material in granule form.

During or after compacting, therefore, granules are produced from the very finely divided - for example - ground - starting material, said granules constituting relatively large aggregates of a large number of initial

particles. These relatively large aggregates, i.e., the granules, are admixed to the ingredients and the mixture is compacted to form the laundry detergent compacts.

The purpose of these measures is to cause the individual ultrafine initial particles of the cellulose material to undergo, in contact with the liquid, the same relative increase in volume as a relatively large aggregate but with the absolute increase in volume of an ultrafine initial particle being too low to bring about local expansion enough to cause cracking in the material of the laundry detergent compact. The individual amounts add up in the granules to result in a macroscopic local expansion with a sufficient exploding effect.

In the case of the laundry detergents it is therefore possible to produce ready-to-use compacts which disintegrate in water within the periods of time under consideration.

An important dimension is the density of the compacted cellulose material, since it represents a measure of the appropriate compression of the material at which the right compromise is present between the strength adequate for handleability of the laundry detergent compact and its sufficient propensity to disintegrate.

In order to achieve the required rapid breakup with laundry detergents that have undergone necessary pressing to form a compact of sufficient strength, the need was not only for a particularly effective

From US-A 3,951,821 it can be inferred that tubular particles of cellulose material are incorporated into the tablets in order to promote the rapid disintegration of a tablet on contact with a liquid. The increase in the disintegration rate on contact with a liquid is based on the capillary effect, i.e., the liquid is conveyed rapidly into the interior of the tablet, thereby initiating the disintegration thereof.

AMENDED PAGE

A particle size of the starting material, which is in the form of relatively large granules following compaction, of 40-60  $\mu$ m has proven judicious for laundry detergents (Claim 2). Such fine cellulose starting materials can be produced at a comminution expense which is still acceptable, and are virtually absent from the laundry.

According to Claim 3, the compacted particles of the cellulose material, i.e., the granules, can have a particle size of from 0.2 to 6.0 mm, in particular from 0.3 to 1.5 mm (Claim 4), the most judicious particle size depending inter alia on the size of the laundry detergent compact and, indirectly, on the nature of the ingredients of the detergent compact, insofar as, for example, different laundry detergents have different compositions with different pressing and disintegration properties.

According to Claim 5, the weight fraction of the compacted cellulose material in the finished detergent compact can be from 3 to 6 percent.

It may also be advisable for the detergent compact to comprise, additionally, a fraction of finely divided noncompacted cellulose material (Claim 6).

This fraction, although it does not act as a disintegrant, may, however, develop a kind of wicking action in the pressed mass and may be useful for the more rapid penetrative progress of the water into the interior of the detergent compact.

The weight fraction of the uncompacted cellulose

material in the finished detergent compact can be from 1 to 3 percent (Claim 7).

The compacted cellulose material present in the detergent compact can have a coating comprising a swelling agent and/or thickener (Claim 8).

Substances of this kind are known per se as tablet disintegrants in the pharmaceutical field (see "Römpp-Chemie-Lexikon" 9th edition (1995), page 4440, entry "Tablettensprengmittel" [*Tablet disintegrants*]).

Furthermore, it may be advisable for the cellulose material present in the detergent compact to have a coating comprising a surfactant (Claim 9), which can make up a weight fraction of from 0.5 to 5.0 percent of the finished detergent compact (Claim 10) and which is present in the detergent compact in addition to the surfactant already present in the pulverulent laundry detergent. The surfactant is intended to promote the distribution of the liquid along the surface of the particles of the cellulose material.

The dispersion properties of the cellulose material can be increased if it is at least partly fibrillated, i.e., is comminuted down to the level of bundles each comprising a few cellulose fibers lying parallel to one another (Claim 11).

In order to achieve sufficient dispersibility, i.e., instant disintegration of the detergent compact following introduction into the liquid, it is advisable to press it from a mixture of the pulverulent or granular

ingredients with the finely divided cellulose material in dry or earth-moist form (Claim 12).

The detergent compacts should therefore cohere only through the pressing which has taken place, and not by way of liquid components which subsequently harden and which would retard the disintegration of the detergent compact in the liquid or in the water.

In the course of the development work, two kinds of cellulose material were found particularly suitable, namely TMP (= thermo-mechanical pulp) (Claim 13) and CTMP (= chemo-thermo-mechanical pulp) (Claim 14).

These are two kinds of so-called mechanical woodpulp. In the case of the TMP process, wood chips are defibered under vapor pressure at about 130°C in pressure refiners to form TMP. When chemicals are used in the initial steaming of the wood chips, the result is CTMP (see "Römpp-Chemie-Lexikon" 9th edition (1995), page 3207, entry "Papier" [Paper]).

In the case of the mechanical woodpulp TMP and CTMP, although a certain leaching of the material has taken place, the lignins, resins and other wood constituents have not been removed completely, in particular not as completely as in the case of cellulose production. These mechanical woodpulp therefore constitute cellulose materials which have retained a residuum of the woody character.

The two abovementioned materials have been found particularly effective as disintegrants for the compact

in question, especially in the compacted state. Neither pure wood products such as wood flour or wood fibers, nor pure cellulose, are comparable in their disintegration behavior. In the case of the "moderately treated" products TMP and CTMP there exists a distinct maximum of effect.

The relevant dimensions of the laundry detergent compact are characterized by a largest dimension of from about 1 to 10 cm, preferably from 2 to 4 cm (Claim 15).

The drawing shows an exemplary embodiment of the invention in diagrammatic form.

Fig. 1 shows one possible type of compacting of cellulose material;

Fig. 2 shows a compacted granule;

Fig. 3 shows a laundry detergent compact.

In accordance with Fig. 1, a bed 1 of cellulose material, TMP in the exemplary embodiment, is passed to a pair 2 of press rolls in which compacting takes place with compression of the volume of the individual particles and joining thereof to form a kind of coherent, densified web 3. 4 symbolizes the comminution of the web 3 to granules 5.

A single granule 5 is shown in Fig. 2. It contains a relatively large number of ultrafine TMP particles 6 whose particle size is about 50  $\mu\text{m}$ , i.e., the TMP material has a particle size distribution whose maximum lies at about 50  $\mu\text{m}$ . The individual ultrafine TMP particles 6 hold together by virtue of the pressing

action they have experienced between the pair 2 of press rolls. At the same time, the individual particles 6 have been compressed in the nip relative to their original form, i.e., they have undergone compaction.

The granules 5 in turn have a particle size distribution with a maximum at about 2 mm, i.e., the size of the granules 5 is about 2 orders of magnitude above the size of the ultrafine TMP particles they contain.

In accordance with Fig. 2, uncompacted cellulose particles 7 may also be present in the granules 5, said particles being indicated by short straight lines and possibly having a coating comprising a surfactant in order to promote the penetration of the liquid, especially the washwater.

The laundry detergent composition is present, in its turn, as a powder/granule mixture. The individual laundry detergent particles are designated as 8 in Fig. 3. The laundry detergent composition is mixed with the granules 5 of TMP, which are depicted as small circles in Fig. 3, and the mixture is then pressed to form a detergent compact 10 which in accordance with Fig. 3 is shaped as a small solid rectangle having edge lengths of from 2 to 3 cm. However, all other forms may be considered; for example, small round disks or the like.

The pressing of the laundry detergent compacts 10 takes place such that they do not crumple in the course of handling and yet when introduced into the liquid they disintegrate almost instantaneously and release the

detergent composition. This is brought about by virtue of the granules 5, which in contact with the washwater immediately recover their former shape, i.e., reverse the compacting, and so increase in volume. The volume increase concerned amounts to 20 percent and the individual particles are, for example, 2 mm in size, contacting with the water produces an expansion of 0.4 mm, which is sufficient to bring about local disintegration of the bonding - induced only by virtue of the dry pressing - of the detergent compact 10, and release of the detergent particles. The granules 5 themselves also disintegrate on contact with the washwater, so that, ultimately, the latter contains only the individual particles 6 and 7 of the cellulose material, which are essentially inert chemically and which also do not cause any other disruption of the washing operation.

## P a t e n t   C l a i m s

1. Laundry detergent compact comprising a pulverulent and/granular [sic] laundry detergent composition and an incorporated disintegrant comprising finely divided cellulose material, which is intended for rapid dissolution/dispersion with release of the laundry detergent composition following introduction into liquid, characterized in that the cellulose material is compacted prior to its admixture to the laundry detergent composition and is present in the compact in the form of compacted granules having a density of from 0.5 to 1.5 g/cm<sup>3</sup>.

2. Laundry detergent compact according to Claim 1, characterized in that in the case of a laundry detergent composition the particle size of the cellulose starting material is from 20 to 200  $\mu\text{m}$ , preferably from 40  $\mu\text{m}$  to 60  $\mu\text{m}$ .

3. Laundry detergent compact according to Claim 1 or 2, characterized in that in the compacted granules of the cellulose material have a particle size of from 0.2 to 6.0 mm.

4. Laundry detergent compact according to Claim 3, characterized in that in the compacted granules of the cellulose material have a particle size of from 0.4 to 1.5 mm.

5. Laundry detergent compact according to one of Claims 1 to 4, characterized in that the weight fraction

AMENDED PAGE

of the compacted cellulose material in the finished compact is from 3 to 6 percent.

6. Laundry detergent compact according to one of Claims 1 to 5, characterized in that it additionally includes a fraction of finely divided noncompacted cellulose material.

7. Laundry detergent compact according to Claim 6, characterized in that the weight fraction of the non-compacted cellulose material in the finished compact is from 1 to 3 percent.

8. Laundry detergent compact according to one of Claims 1 to 7, characterized in that the cellulose material present in the compact has a coating comprising a swelling agent and/or thickener.

9. Laundry detergent compact according to one of Claims 1 to 8, characterized in that the cellulose material present in the compact has a coating comprising a surfactant.

10. Laundry detergent compact according to Claim 9, characterized in that the compact comprises the surfactant in a weight fraction of from 0.5 to 2.0 percent of the finished compact.

11. Laundry detergent compact according to one of Claims 1 to 10, characterized in that the compact comprises fibrillated cellulose material.

12. Laundry detergent compact according to one of Claims 1 to 11, characterized in that the compact has been pressed from a mixture of the pulverulent or

granular ingredients with the finely divided cellulose material in dry or earth-moist from.

13. Laundry detergent compact according to one of Claims 1 to 12, characterized in that the cellulose material is TMP (thermo-mechanical pulp).

14. Laundry detergent compact according to one of Claims 1 to 13, characterized in that the cellulose material is CTMP (chemo-thermo-mechanical pulp).

15. Laundry detergent compact according to one of Claims 1 to 14, characterized in that the largest dimension of the compact is from 1 to 10 cm, preferably from 2 to 4 cm.

1/1

FIG. 1

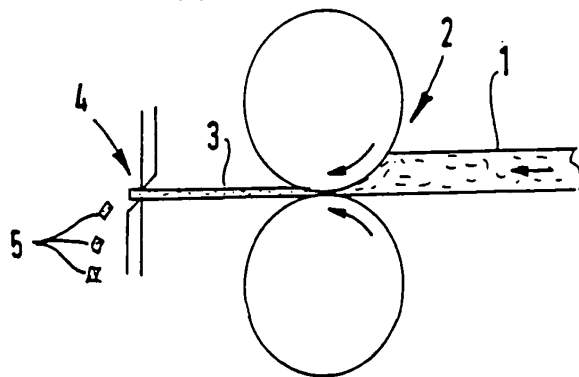


FIG. 2

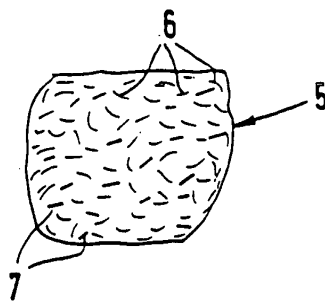


FIG. 3

